УДК 537.521

РАСПЫЛЕНИЕ МИШЕНИ ПРИ АССИСТИРОВАНИИ МАГНЕТРОННОГО РАЗРЯДА ИОННЫМ ПУЧКОМ

В.В. Жуков, В.П. Кривобоков, С.Н. Янин

НИИ ядерной физики при Томском политехническом университете
E-mail: krivobokov@npi.tpu.ru

Рассмотрена проблема управления параметрами магнетронного разряда в условиях его ассистирования пучком ускоренных ионов. Сделана попытка устранить ограничения в скорости осаждения покрытий при реактивном магнетронном распылении материалов на постоянном токе, вызванных образованием химических соединений на мишени. Предложен способ эффективного удаления продуктов химических реакций с поверхности распыляемого материала, основанный на ионном ассистировании магнетронного разряда внешним пучком ускоренных ионов. Рассмотрена комбинированная распылительная система магнетронного диода и ионного источника с замкнутым дрейфом электронов. Изучены ее основные электрофизические и технологические параметры. Показано, что при соблюдении определенных условий (мощность, парциальное давление реактивного газа, скорость подачи рабочей газовой смеси и др.) удается достичь значительного увеличения скорости осаждения оксидных пленок.

Введение

Тонкопленочные покрытия нашли широкое применение в различных областях науки и техники. Одним из наиболее распространенных методов их получения является магнетронное распыление материалов на постоянном токе [1]. Магнетронные распылительные системы (МРС) весьма просты в эксплуатации, обладают высокой энергетической эффективностью и производительностью. Но им присущ ряд недостатков, которые ограничивают технологические возможности подобных устройств.

В первую очередь необходимо указать на процессы, связанные с взаимодействием поверхности мишени с химически активными газами в составе плазмы магнетронного разряда. В результате образуется диэлектрическая плёнка (обычно в виде оксидов металлов), которая снижает выход атомов мишени при распылении и изменяет ее эмиссионные свойства [2, 3]. Кроме того, не исключена возможность накопления положительного заряда на ее поверхности, снижающего эффективность травления. Следовательно, удаление этой плёнки является важной задачей в технологии применения МРС.

Другим обстоятельством, существенно влияющим на характер работы магнетронов, является необходимость периодической замены рабочего газа в вакуумной камере (или вскрытия её) и связанные с этим адсорбция газов, а также окисление и загрязнение поверхности мишени. Для достижения высокого качества и стабильной повторяемости физических свойств наносимых покрытий необходимо, чтобы распыляемая поверхность мишени была свободна от загрязнений и продуктов химических реакций. Поэтому применение МРС предполагает предварительную тренировку мишени в плазме собственного разряда.

Образование диэлектрической плёнки и необходимость тренировки значительно удлиняют технологический цикл, что негативно сказывается на производительности МРС и стоимости обработки изделий. В этой связи весьма актуальной является проблема минимизировать значение этих факторов.

Цель данной работы – упростить процесс подготовки МРС к работе и улучшить её функциональные характеристики путём расширения области существования плазмы магнетронного разряда с помощью внешнего ионного пучка.

1. Постановка задачи

Осаждение пленок химических соединений предполагает наличие реактивного газа в составе рабочей газовой смеси. Реакция взаимодействия распыляемых атомов и реактивного газа протекает на поверхности мишени, в зоне движения потока распыленных частиц, а также на осаждаемой плёнке. С точки зрения повышения производительности МРС наиболее предпочтителен вариант, когда образование конечного продукта происходит на поверхности подложки. Однако в большинстве случаев избежать взаимодействия химически активных компонент плазмы с поверхностью распыляемого материала не удается.

Повысить устойчивость магнетрона к образованию диэлектрической плёнки на поверхности мишени можно двумя способами: увеличить энергию ионов, распыляющих мишень, и, соответственно, несколько поднять коэффициент распыления [4], либо увеличить их поток. Однако в МРС рост приложенного напряжения обычно не приводит к существенному изменению энергии бомбардирующих частиц, а величина разрядного тока и, соответственно, количество падающих ионов имеют свои ограничения. Поэтому устранить эти проблемы в рамках использования классических магнетронных систем на постоянном токе весьма трудно.

Ситуацию можно изменить с помощью дополнительного пучка ускоренных ионов, инжектируемого в зону горения плазмы магнетронного разряда (в данной работе такая МРС называется комбинированной).

Предполагается, что в непосредственной близости от магнетрона (на расстоянии порядка длины свободного пробега иона) устанавливается ионный источник с ускоряющим потенциалом примерно 2,0...2,5 кВ. Через него в камеру подается рабочая газовая смесь. Ионы ускоряются и воздействуют на плазму и мишень магнетронного диода. В результате в плазме возрастает плотность ионизированных состояний, а процесс распыления поддерживается ионами двух независимых источников: собственного магнетронного разряда и внешнего пучка. Однако, ожидать значительного увеличения плотности ионов в плазме, по всей видимости, не следует, поскольку разрядный ток магнетрона существенно превосходит ток ионного источника. Вместе с тем дополнительное облучение мишени внешним пучком ускоренных ионов может оказаться весьма эффективным средством удаления химических соединений с ее поверхности, что позволит существенно поднять скорость роста осаждаемых покрытий.

Необходимо проверить эти предположения и сравнить потоки атомов (молекул) на единицу потребляемой мощности, распыляемые классическим магнетроном, ионным источником и комбинированной системой.

2. Схема эксперимента и описание оборудования

Задачей экспериментальной части работы было создание установки, в которой пучок ускоренных ионов инжектируется в плазму магнетронного разряда, и изучение основных характеристик такой системы как источника плазмы для осаждения покрытий.

С этой целью была создана специальная лабораторная установка (рис. 1). Скорость роста пленки определялась с помощью пьезоэлектрического датчика [5] с резонансной частотой 5 МГц (срез AT) и чувствительностью 100 МГц/г, который занимал несколько положений, равноудаленных от центра зоны эрозии мишени.

В качестве распыляемых материалов были выбраны алюминий и титан, так как их оксиды имеют большое практическое значение в оптических тонкоплёночных системах. Рабочим газом служила смесь аргон (60...80 ат. %) – кислород. Её расход составлял 25...50 норм. см^3/мин и контролировался с точностью не хуже ±1 %. Давление в камере лежало в интервале 0,05...1,0 Па и контролировалось с точностью не хуже ±5 %.

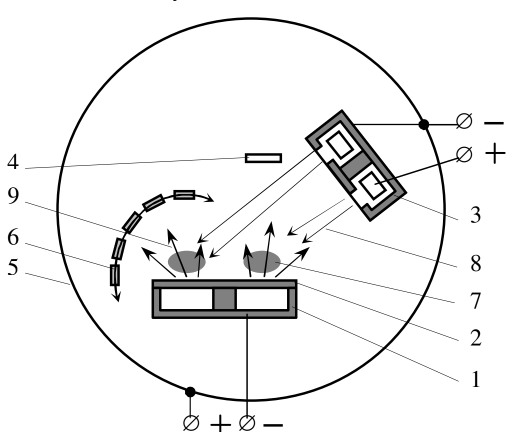


Рис. 1. *Схема установки: 1) магнетрон; 2) мишень; 3) ионный источник; 4) подложка; 5) вакуумная камера; 6) положения пьезокварцевого датчика; 7) зона горения магнетронного разряда; 8) поток внешних ионов; 9) поток распыленных атомов*

Эксперимент проходил по следующей схеме. Рабочая газовая смесь подавалась в ионный источник, частично ионизировалась, ионы ускорялись в потенциале порядка 2...2,5 кВ, проходили через плазму и падали на мишень магнетрона под углом примерно 45° к ее поверхности. Затем поджигался магнетронный разряд. При необходимости тренировалась мишень, выставлялись рабочие параметры (расход и давление газа, разрядные напряжения и т.д.).

На рис. 2 приведена конструкция использованного в работе магнетрона. Он представляет собой классический диод с плоской металлической мишенью, охлаждаемой водой. Анодом служил корпус вакуумной камеры.

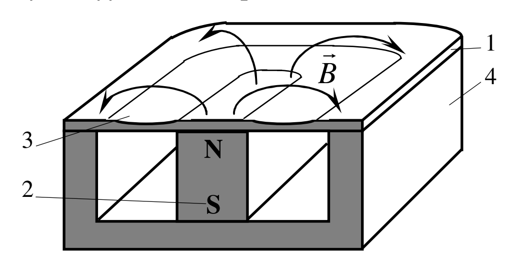


Рис. 2. *Конструкция магнетрона: 1) мишень; 2) магнитная система; 3) зона эрозии мишени; 4) магнитопровод*

Магнитное поле (~80 мТл) создается набором постоянных магнитов. Напряжение разряда составляло 200...600 В при токе 0,1...10 А. Дополнительная информация об этих МРС приведена в работах [6, 7].

Конструкция ионного источника с замкнутым дрейфом электронов показана на рис. 3. Основными элементами его являются анод, охлаждаемый

водой, катод, одновременно являющийся магнитопроводом, и магнитная система.

К аноду прикладывается положительный потенциал, а катод и стенки вакуумной камеры заземлены. Магнитное поле замыкается в зазоре между полюсными наконечниками. Конструкция электродов и конфигурация магнитного поля таковы, что плазма разряда локализуется непосредственно над анодом. Электроны совершают сложные циклоидальные движения вдоль его поверхности, создавая замкнутый холловский ток и ионизируя атомы рабочего газа. Ионы ускоряются приложенной разностью потенциалов.

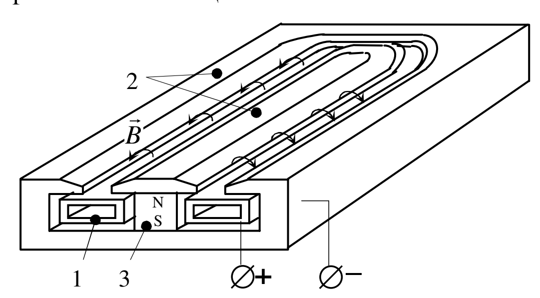


Рис. 3. *Конструкция ионного источника: 1) анод, 2) катод, 3) магнитная система*

Источник работает в диапазоне напряжений 0,5...3,5 кВ и обеспечивает разрядный ток до 500 мА. Типичные значения индукции магнитного поля в зазоре между полюсными наконечниками составляют 200...250 мТл. Рабочий газ подаётся в камеру через разрядный промежуток устройства с расходом 20...50 норм. см³/мин.

На рис. 4 приведены вольтамперные характеристики (ВАХ) ионного источника, на рис. 5 – зависимость скорости распыления алюминиевой пленки от расхода газа.

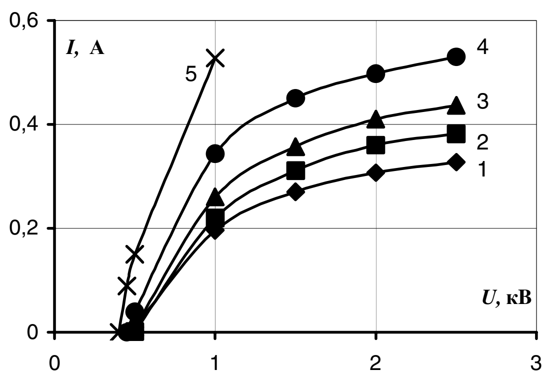


Рис. 4. *ВАХ ионного источника при различных расходах газа через него: 1) 25; 2) 30; 3) 35; 4) 45; 5) 50 норм. см³/мин*

Выбор рабочих режимов ионного источника практически всегда сопряжен с задачей повышения скорости травления. Одним из определяющих параметров является величина расхода газа. Из рис. 5 следует, что ее оптимальное значение лежит в пределах от 40 до 50 норм. см³/мин. Здесь скорость распыления алюминиевой пленки составляет 60...80 нм/мин. Увеличение расхода газа с 25 до 45 норм. см³/мин приводит к существенному сдвигу ВАХ в область больших токов (кривые 1–4 на рис. 4). Дальнейшее повышение расхода приводит к "срыву" плазмы в разрядном промежутке, в результате чего резко возрастает ток и понижается рабочее напряжение (кривая 5). При этом уменьшается энергия эмитируемых ионов, и, как следствие, снижается скорость распыления пленки.

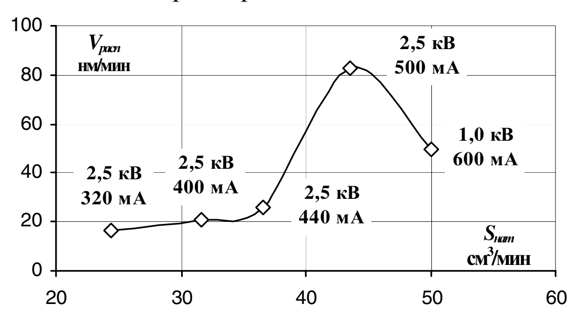


Рис. 5. *Скорость распыления алюминиевой пленки ионным источником в зависимости от расхода газа через него*

Необходимо также отметить, что ионный источник работает в широком диапазоне давлений в рабочей камере (10^{-3}...1 Па).

3. Результаты и их обсуждение

На рис. 6 представлены ВАХ магнетрона с титановой мишенью, работающего автономно и вместе с ионным источником. Здесь и далее индекс "ИИ" соответствует ионному источнику, "М" – магнетрону, "ИИ+М" – комбинированной системе. Наличие источника значительно снижает напряжение зажигания магнетронного разряда и позволяет работать при весьма низких давлениях рабочего газа, когда существование разряда для автономной МРС невозможно.

Следует отметить, что при ионном ассистировании разряда крутизна ВАХ магнетрона существенно снижается. Тем самым упрощается управление им на высоком уровне мощности.

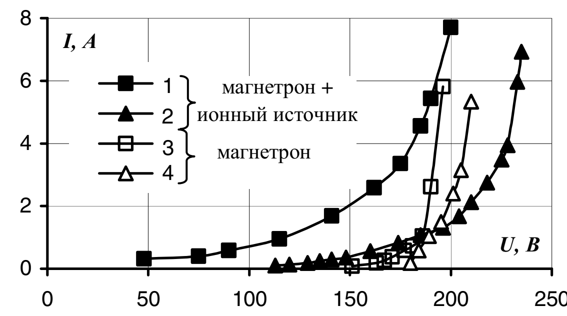


Рис. 6. *ВАХ магнетрона, работающего автономно, и совместно с ионным источником при различных давлениях аргона: 1) магнетрон с ионным источником, давление P=0,17 Па, напряжение и ток ионного источника соответственно равны $U_{ИИ}$=2,2 кВ, $I_{ИИ}$=440 мА; 2) то же самое при 0,09 Па, 3 кВ, 120 мА; 3) автономно работающий магнетрон при 0,17 Па; 4) тоже при 0,09 Па*

На рис. 7 представлены результаты измерения скорости роста пленки TiO_2 в зависимости от мощности разряда для автономного магнетрона и магнетрона, работающего в паре с ионным источни-

ком. Давление смеси Ar(25 %)–O_2(75 %) во всех случаях равнялось 0,12 Па при расходе газа 40 норм. см^3/мин.

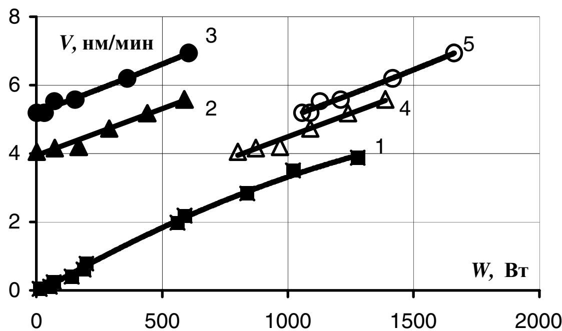


Рис. 7. *Зависимость скорости роста пленки TiO_2 от приложенной мощности: 1) магнетрон, работающий автономно; 2, 3) магнетрон при совместной работе с ионным источником (мощность ионного источника $W_{ИИ}$ = 800 и 1000 Вт соответственно); 4, 5) то же самое, что 2 и 3 в зависимости от суммарной мощности магнетрона и ионного источника*

Результаты этого эксперимента свидетельствуют о том, что инжекция внешнего пучка ионов в разряд магнетрона способствует увеличению скорости роста TiO_2 пленки в 3...4 раза (кривые 2 и 3) по сравнению с аналогичной автономной МРС (кривая 1). Увеличение мощности ионного источника с 800 (кривая 2) до 1000 Вт (кривая 3) также привело к росту скорости осаждения покрытия на 15...20 %. Следовательно, ионы внешнего источника вносят существенный вклад в процесс распыления.

Еще один важный результат следует из сравнения скоростей напыления пленки от суммарной приложенной мощности (кривые 1, 4 и 5), поскольку при ее равенстве комбинированная система характеризуется более высокими скоростями осаждения, чем автономный магнетрон (например, при W=1200 Вт отличие составляет около 30 %). На рис. 8 представлены подобные зависимости для скорости осаждения пленки Al_2O_3. Давление смеси составляло 0,07 Па, содержание кислорода – 25 %, расход газа – 44 норм. см^3/мин. Расположение пьезоэлектрического резонатора было таким же, как и в предыдущем эксперименте.

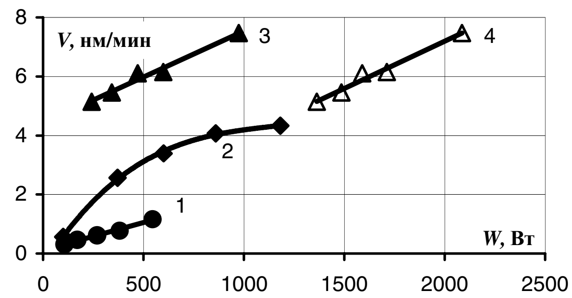


Рис. 8. *Зависимость скорости роста пленки Al_2O_3 от приложенной мощности при: 1) напылении магнетроном; 2) распылении мишени ионным источником; 3, 4) совместной работе магнетрона и ионного источника ($W_{ИИ}$=1250 Вт) в зависимости от мощности магнетрона и суммарной мощности, соответственно*

В работе [8] рассмотрены характеристики близкого по конструкции ионного источника с холловским дрейфом электронов. Экстраполируя эти данные на наш случай, можно показать, что средняя энергия ионов источника при напряжении 2,2 кВ лежит в пределах 650...750 эВ. Это значительно больше, чем энергия ионов плазмы магнетронного разряда [1]. Так как в области $10^2...10^3$ эВ коэффициент распыления пропорционален энергии [9], эффективность ионов источника в процессах распыления значительно выше, чем магнетрона. Поэтому они тоже способны дать свой вклад в поток распыленных атомов. Это хорошо видно из сравнения кривых 1 и 2 рис. 8. Например, при одинаковой потребляемой мощности 500 Вт скорость напыления пленки Al_2O_3 ионным источником и магнетроном отличается примерно в 3 раза. Инжекция внешнего пучка ионов в разряд позволила увеличить скорость осаждения оксида алюминия в 5...6 раз.

Авторы [4] сообщают, что для большинства оксидов, в том числе и TiO_2, коэффициенты распыления по порядку величины такие же, как и у соответствующих металлов. Исключение составляют Al_2O_3, MgO и Ta_2O_5, коэффициенты распыления которых в 2...5 раз ниже, чем у соответствующих металлов. Наши результаты подтверждают это утверждение. В частности, скорость осаждения пленки Al_2O_3 при магнетронном напылении значительно ниже, чем TiO_2. Так, например, при W=500 Вт они отличаются в 2 раза, в то время как скорость роста пленки металлического алюминия в 1,5 раза выше, чем титана [1]. При ионном ассистировании приращение скорости осаждения Al_2O_3 гораздо выше (в 5...6 раз) в отличие от TiO_2 (в 3...4 раза). Поэтому можно предположить, что инжекция внешнего пучка ионов в плазму магнетронного разряда обеспечивает удаление оксидных пленок с поверхности мишени, способствуя распылению атомарно-чистой металлической поверхности. В пользу последнего утверждения можно привести и следующий факт. При нанесении оксидных пленок магнетроном и ионным источником, работающими автономно, зависимость скорости напыления от мощности выходит в насыщение, в отличие от их совместной работы, когда она в пределах условий эксперимента оставалась линейной. Это также указывает на сходство механизмов распыления мишени при ионном ассистировании и магнетронном нанесении металлических пленок, так как для автономного магнетрона характерна линейная связь скорости роста плёнки с приложенной мощностью [1].

Большой интерес представляет собой влияние внешнего пучка ионов на угловую диаграмму скорости роста плёнки. Для его изучения был поставлен эксперимент, суть которого изложена ниже.

Начало координат диаграммы жёстко связано с центром зоны эрозии мишени. На расстоянии 10 см от него радиально перемещался пьезоэлектрический датчик (см. рис. 1). Направление падения внешнего ионного пучка показано стрелкой и соответствует углу диаграммы 135°.

Как видно из рис. 9, угловые диаграммы скорости роста плёнок классическим магнетроном (1), ионным источником (2) и комбинированной системой (3) существенно различаются. Если в первом случае она максимально вытянута в направлении, перпендикулярном к поверхности мишени, то во втором, как и следовало ожидать, – в сторону рассеяния ионов внешнего пучка.

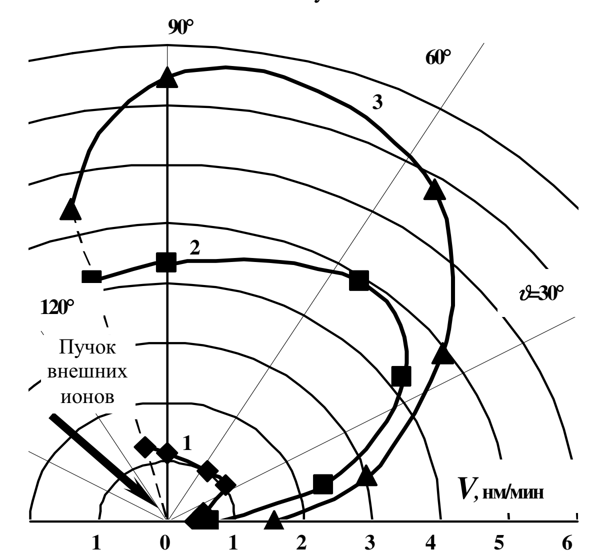


Рис. 9. *Угловая диаграмма скорости напыления пленки Al2O3: 1) магнетроном; 2) ионным источником; 3) комбинированной системой*

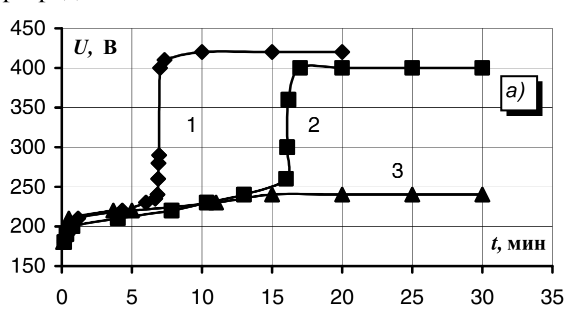
Результаты свидетельствуют, что скорость роста пленок, свойственная комбинированной системе $V_{М+ИИ}$, превосходит сумму скоростей напыления классическим магнетроном $V_М$ и ионным источником $V_{ИИ}$ в диапазоне углов от 50° до 90° с максимальным отличием в 1,4 раза в направлении перпендикулярном поверхности распыляемой мишени. Это характеризует весьма значительную роль ионов внешнего источника в общем балансе потока распылённых атомов. Кроме непосредственного участия в процессе распыления, они увеличивают эффективность собственных ионов плазмы магнетронного разряда, удаляя химические соединения, образующие диэлектрическую плёнку на поверхности мишени. Это увеличение можно оценить как $(V_{М+ИИ}-V_{ИИ})/V_М \approx 2...3$ в предположении, что процессы распыления мишени ионами разных источников независимы друг от друга.

Мы исследовали процесс тренировки мишени магнетрона в присутствии внешнего источника ускоренных ионов. В автономном магнетроне ему всегда свойственны относительно низкое разрядное напряжение и большой ток. После тренировки эти параметры принимают свои обычные значения.

В частности, были изучены временные характеристики разрядного напряжения автономной и комбинированной магнетронных систем в режиме стабилизации тока при различных парциальных давлениях кислорода в вакуумной камере. Давление аргон – кислородной смеси во всех случаях равнялось 0,09 Па при расходе газа 41 см^3/мин и содержании кислорода 25 %.

Эксперименты по тренировке проводились на пониженном уровне мощности, соответствующем плотности тока на мишени порядка 30 А/м^2. Перед снятием каждой зависимости магнетрон выдерживался на воздухе при комнатной температуре в течение 20 мин.

Как видно из рис. 10, после инициации магнетронного разряда существует промежуток времени, характеризующийся низким разрядным напряжением. Далее оно растёт, а затем стабилизируется при параметрах, соответствующих ВАХ магнетрона с чистой металлической мишенью. Величины напряжений отличаются примерно в 2 раза. Низкое напряжение при фиксированной мощности в начальный момент времени обусловлено большим разрядным током, связанным с наличием оксидной пленки на поверхности мишени, имеющей более низкую работу выхода электронов, по сравнению с металлами. В частности, для алюминия она равна 4,25 эВ, а для пленки Al_2O_3 на металле, полученной окислением его в кислородной плазме, – 2,0...2,4 эВ [3]. Кроме того, во время тренировки на поверхности мишени всегда присутствуют искровые разряды, рождение которых, видимо, происходит в местах коллективного выхода электронов с дальнейшим лавинным развитием пробоев газа. Это и приводит к значительному смещению ВАХ разряда в область больших токов.



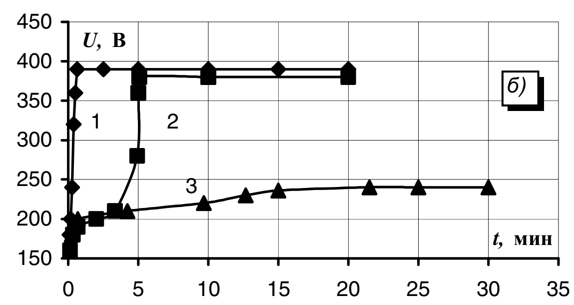


Рис. 10. *Временные зависимости разрядного напряжения магнетрона, работающего в автономном режиме (а) и совместно с ионным источником (б) при постоянном общем давлении аргон-кислородной смеси 0,09 Па и различных парциальных давлениях кислорода: 1) 0,016 Па (18 %); 2) 0,028 Па (30 %); 3) 0,034 Па (38%)*

Поведение кривых 1 и 2 (рис. 10, *а*, *б*) свидетельствует о том, что при заданных условиях разряда скорость распыления оксидной пленки превышает

скорость ее образования. Причем, воздействие внешних ионов сокращает время тренировки более, чем в 3 раза при парциальном давлении кислорода 0,028 Па и приблизительно в 7 раз при 0,016 Па. Общее давление аргон-кислородной смеси составляло 0,09 Па. При увеличении парциального давления кислорода до 0,034 Па процесс образования пленки на поверхности мишени начинает преобладать над распылением (кривые 3, рис. 10) и выход магнетрона в режим распыления металла при заданных плотностях тока становится невозможен.

Таким образом, парциальное давление кислорода в рабочей камере не должно быть ниже некоторой величины, позволяющей обеспечить химический состав растущей пленки. В тоже время оно не должен превышать некоторого критического значения, когда при заданных плотностях тока становится невозможным распыление оксидной пленки с поверхности металлической мишени. Это требование является очень важным для использования комбинированных систем в установках по нанесению оксидных покрытий.

4. Заключение

1. Ионное ассистирование магнетронного разряда облегчает управление им на высоком уровне мощности, делает его вольтамперные характеристики более пологими.
2. Облучение мишени магнетрона ионным пучком при реактивном распылении позволяет увеличить скорость осаждения оксидных покрытий (в 3...4 раза для TiO_2 и в 5...6 раз для Al_2O_3). Это обусловлено, на наш взгляд, эффективным удалением более высокоэнергетичными ионами внешнего источника пленок химических соединений с магнетронной мишени.
3. Продолжительность тренировки мишени существенно снижается вследствие воздействия внешнего пучка ионов.

Таким образом, ионное ассистирование магнетронного разряда является полезным технологическим приёмом при нанесении диэлектрических и, в частности, оксидных пленок.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Данилин Б.С., Сырчин В.К. Магнетронные распылительные системы. – М.: Радио и связь, 1982. – 72 с.
2. Плешивцев Н.В., Бажин А.И. Физика воздействия ионных пучков на материалы. – М.: Вузовская книга, 1998. – 392 с.
3. Фоменко В.С. Эмиссионные свойства материалов. Справочник. – Киев: Наукова думка, 1970. – 148 с.
4. Распыление твердых тел ионной бомбардировкой. Вып. II. Распыление сплавов и соединений, распыление под действием электронов и нейтронов, рельеф поверхности: Пер. с англ. / Под ред. Р. Бериша. – М.: Мир, 1986. – 488 с.
5. Малов В.В. Пьезорезонансные датчики. – М.: Энергия, 1978. – 248 с.
6. Янин С.Н., Кривобоков В.П., Жуков В В., Лелеков М.А. Применение ионного ассистирования в магнетронном напылении оксидных пленок // Модификация материалов пучками частиц и плазменными потоками: Тез. докл. VI Междунар. конф. – Томск, 2002. – С. 544–546.
7. Жуков В.В., Кривобоков В.П., Мамонтов И.А., Янин С.Н. Напыление оксидных пленок в условиях ионного ассистирования магнетронного разряда // Радиационная физика и химия неорганических материалов: Тез. докл. XII Междунар. конф. – Томск, 2003. – С. 209–212.
8. Zakharov A.N., Bugaev S.P., Kovsharov N.F., Ladyzhensky O.B., Sochugov N.S. Spatial and energetic characteristics of ion-plasma flux formed by hall current accelerator // Modification of materials with particle beams and plasma flows: Proc. of V Intern. congress. – Tomsk, 2000. – P. 211–213.
9. Sigmund P. Theory of sputtering. I. Sputtering yield of amorphous and polycrystalline targets // Physical Review. – 1969. – V. 2. – № 184. – P. 383–415.

УДК 535.361